

DERWENT- 1988-282072

ACC-NO:

DERWENT- 198840

WEEK:

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfg. nitride thin film - having crystal orientation  
controlled by irradiation angle of ion beam

PRIORITY-DATA: 1987JP-0038376 (February 20, 1987)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63206468 A	August 25, 1988	N/A	004	N/A
JP 92071038 B	November 12, 1992	N/A	004	C30B 029/38

INT-CL (IPC): C23C014/32, C30B029/38

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63206468A

## BASIC-ABSTRACT:

Nitride thin film having controlled crystal orientation is made by irradiation of N<sub>2</sub>-contg. ion beam on a matrix while depositing at least one of Si, Al, Ti, B, Mo Zr, Ga, W, and Hf on the matrix to obtain the film by adjusting the angle of ion beam irradiation.

USE/ADVANTAGE - Nitride thin film having arbitrary crystal orientation can be obtd. Used as diffusion prevention layer in IC element, wear resistant layer e.g., TiN, BN, and superconducting substance e.g. MoN.

*Vap dep  
of N ion beam  
L beam → controlled  
XL orientation*

1,14.

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-206468

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和63年(1988)8月25日

C 23 C 14/32

8520-4K

審査請求 有 発明の数 1 (全4頁)

⑬ 発明の名称 イオンビーム照射角度により制御された結晶配向性を有する窒化物  
薄膜の製造方法

⑭ 特 願 昭62-38376

⑮ 出 願 昭62(1987)2月20日

特許法第30条第1項適用 昭和61年9月27日 応用物理学会主催の「第47回応用物理学会学術講演会」において文書をもって発表

⑯ 発 明 者 木 内 正 人 大阪府池田市五月丘3丁目4番13号  
 ⑯ 発 明 者 藤 井 兼 栄 兵庫県川西市向陽台3丁目8番121号  
 ⑯ 発 明 者 佐 藤 守 兵庫県川西市萩原台西2丁目193番  
 ⑰ 出 願 人 工業技術院長 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号  
 ⑱ 指定代理人 工業技術院 大阪工業技術試験所長

## 明 細 書

発明の名称 イオンビーム照射角度により制御された結晶配向性を有する窒化物薄膜の製造方法

## 特許請求の範囲

① シリコン、アルミニウム、チタン、硼素、モリブデン、ジルコニウム、ガリウム、タングステン及びハフニウムの少くとも一種の金属を基体に蒸着させつつ、窒素を含むイオンビームを基体に照射し、イオンビーム照射角度を調節することにより制御された結晶配向性を有する窒化物薄膜を製造する方法。

## 発明の詳細な説明

## 産業上の利用分野

本発明は、制御された結晶配向性を有する窒化物薄膜を基体上に形成する方法に関する。

## 従来技術とその問題点

従来、窒化物薄膜は、プラズマCVD法、熱C

VD法、イオン注入法等により作成されている。しかしながら、これらの方法によれば、多結晶の窒化物薄膜しか得られず、特定の結晶配向性を有する窒化物薄膜を得ることは出来ない。例外として、エピタキシャル成長の場合に結晶配向性を有する窒化物薄膜が得られることがあるが、このときの配向性は、基体の結晶状態に依存したもののしか得られない。従って、任意の結晶配向性を有する窒化物薄膜を形成させることは、不可能であった。

## 問題点を解決するための手段

本発明者は、上記の如き従来技術の問題点に鑑みて種々研究を重ねた結果、シリコン等の金属を基体に蒸着させるに際し、形成さるべき窒化物の結晶学的構造に関連する角度で少なくとも窒素を含むイオンビームを同時に基体に照射する場合に、基体の材質及びその結晶構造とは独立に、任意の結晶配向性を有する窒化物薄膜を形成させる

ことが可能なることを見出した。即ち、本発明は、「シリコン、アルミニウム、チタン、硼素、モリブデン、ジルコニウム、ガリウム、タングステン及びハフニウムの少くとも一種の金属を基体に蒸着させつつ、窒素を含むイオンビームを基体に照射し、イオンビーム照射角度を調節することにより制御された結晶配向性を有する窒化物薄膜を製造する方法」を提供するものである。

本発明で使用する基体の材料及びその結晶構造は、特に限定されず、金属、セラミクス、半導体等が挙げられる。

蒸着手段自体も、電子ビーム加熱、高周波加熱、抵抗加熱等の公知の全ての手段が採用可能である。

窒化物薄膜製造時の基体温度は、高温であっても実施に差支えはなく、500℃程度以下の低温でも実施可能である。

薄膜形成の為に、スパッターイーロードが小さい方が好いので、イオンビームの加速は、1

KeV以上とすることが好ましい。

窒化物薄膜形成時の減圧度は、 $5 \times 10^{-4}$  トール<sup>イオンビーム</sup>〜 $1 \times 10^{-6}$  トール程度である。

窒素中の窒素の原子数と蒸着金属の原子数との比は、1:0.5〜2.0程度が最適であるが、この範囲外でも本発明は実施可能である。

本発明においては、使用される金属の種類に応じて、立方晶系（窒化チタン、窒化硼素、窒化モリブデン、窒化ジルコニウム、窒化タングステン、窒化ハフニウム等）及び六方晶系（窒化シリコン、窒化アルミニウム、窒化ゲルマニウム、窒化ガリウム等）の窒化物結晶薄膜が形成される。

窒化物薄膜の結晶配向性は、基体の材質等には依存せず、後記実施例から明らかな如く、基体（1）の法線（3）とイオンビーム（5）とのなす角度 $\theta$ （第1図参照）により定まる。（7）は、蒸着金属の流れ方向を示す。

本発明により形成される窒化物薄膜は、IC素

子における拡散防止層等として有用である。又、TiN、BN等は、耐摩耗層として、MoN等は、超伝導物質としても有用である。

#### 発 明 の 効 果

本発明方法によれば、基体上に任意の結晶方向性を備えた窒化物薄膜を形成させることがはじめて可能となった。

#### 実 施 例

以下実施例を示し、本願発明の特徴とするところをより一層明らかにする。

##### 実施例 1〜3

シリコンウエハ〔結晶方向（100）〕基体に対し10Å/秒の速度でチタンを蒸着しつつ、同時に基体の表面積1cm<sup>2</sup>当たり0.6mAの電流密度のイオンビームを照射した。イオンビームに含まれるイオンは、N<sup>+</sup>及びN<sup>2+</sup>で、その個数の比は1:1であった。又、減圧度は、 $1 \times 10^{-4}$ 、基体温度は、約300℃、窒素原子とチタン原子

との比は、1:1であった。

かくして、厚さ2μmの窒化チタン薄膜が形成された。

イオンビームの進行方向と基体表面の法線のなす角を $\theta$ とすると、X線ディフракトメーターによる回折により、 $\theta$ の変化に応じて以下の結果が得られた。

（1）  $\theta = 0^\circ$ （実施例1）：

第2図に示す如く、窒化チタン薄膜が、（200）方向に配向していることを示すX線回折ピークが観測された。

（2）  $\theta = 15^\circ$ （実施例2）：

第3図に示す如く、X線回折ピークは、観測されなかった。このことから、窒化チタン薄膜が非晶質状態であることが判る。

（3）  $\theta = 45^\circ$ （実施例3）：

第4図に示す如く、窒化チタン薄膜が、主として（111）方向に配向していることを示すX線

回折ピークが観測された。

尚、チタンに代えて、酸素、モリブデン、ジルコニウム、タングステン及びハフニウムを夫々使用する場合にも、得られた立方晶系窒化物薄膜が、同様に制御された結晶配向性を有していることが確認された。

#### 実施例 4 ～ 6

チタンに代えてアルミニウムを使用する以外は、実施例 1 ～ 3 と同様にして、シリコンウェハ上に厚さ 2  $\mu\text{m}$  の窒化アルミニウム薄膜を形成した。

イオンビームの照射方向と結晶配向性との関係は、以下の通りであった。

(1)  $\theta = 0^\circ$  (実施例 4) :

第 5 図に示す如く、窒化アルミニウム薄膜が、(100) 方向に配向していることを示す X 線回折ピークが観測された。

(2)  $\theta = 15^\circ$  (実施例 5) :

第 6 図に示す如く、X 線回折ピークは、観測さ

れなかった。このことは、窒化アルミニウム薄膜が非晶質状態にあることを示している。

(3)  $\theta = 45^\circ$  (実施例 6) :

第 7 図に示す如く、窒化アルミニウム薄膜が、主として (101) 方向に配向していることを示す X 線回折ピークが観測された。

尚、アルミニウムに代えて、シリコン、ゲルマニウム及びガリウムを夫々使用する場合にも、得られた六方晶系窒化物薄膜が、やはり制御された結晶配向性を有していることが確認された。

図面の簡単な説明

第 1 図は、基体表面の法線とイオンビームの進行方向とのなす角  $\theta$  を説明する為の図面である。

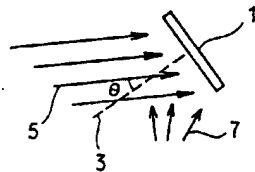
第 2 図乃至第 7 図は、本発明の各実施例で得られた窒化物薄膜の X 線回折図を示す。

(1) …… 基体

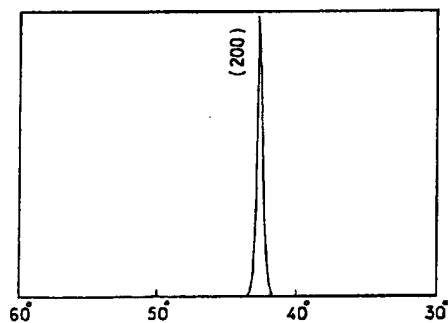
(3) …… 基体表面の法線

(5) …… イオンビームの進行方向

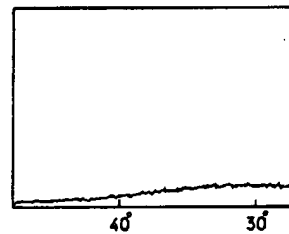
第 1 図



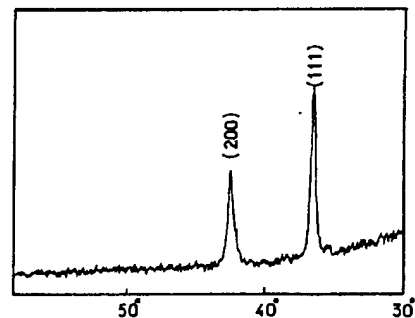
第 2 図



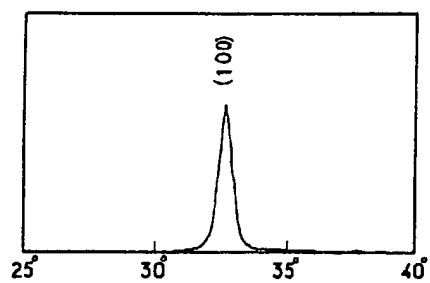
第 3 図



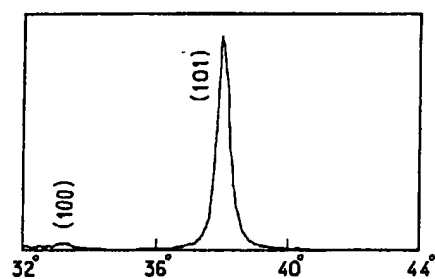
第 4 図



第 5 図



第 7 図



第 6 図

